ISSN 1981-3708 Pesquisa

PROPRIEDADES ANTIMICROBIANAS E FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO PORTLAND ASSOCIADO A DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÓXIDO DE CÁLCIO

ANTIMICROBIAL AND PHYSICAL-CHEMICAL PROPERTIES OF PORTLAND CEMENT ASSOCIATED WITH DIFFERENT CONCENTRATIONS OF CALCIUM OXIDE

Patrícia Correia de SIQUEIRA¹; Karla Gomes Tiago BORGES²; Renata Gomes dos SANTOS³; Sara Rodrigues RENOVATO⁴; Daniel de Almeida DECURCIO⁵

- 1 Aluna de Doutorado, Departamento de Ciências Estomatológicas, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás;
- 2 Departamento de Ciências Estomatológicas, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás;
- 3 Departamento de Ciências Estomatológicas, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás;
- 4 Aluna de Doutorado, Departamento de Ciências Estomatológicas, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás;
- 5 Professor Adjunto, Departamento de Ciências Estomatológicas, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Goiás.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a radiopacidade, a ação antimicrobiana, a estrutura de superfície e a composição química do cimento Portland (CP) associado a diferentes concentrações de óxido de cálcio. Material e Métodos: Os materiais testados foram: *Mineral Trioxide Aggregate* (MTA), CP cinza e CP acrescido de óxido de cálcio nas concentrações de 1%, 2%, 5% e 10%. Para a análise da radiopacidade, os materiais foram introduzidos em placas de acrílico posicionadas ao lado de um penetrômetro de alumínio. A avaliação da ação antimicrobiana foi realizada por meio do teste de difusão em Ágar, com os microrganismos: *S. aureus, E. faecalis, P. aeruginosa, B. Subtilis* e *C. albicans*. A avaliação da estrutura de superfície foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e a identificação dos elementos químicos foi realizada por espectroscopia de energia dispersiva. Resultados: O MTA apresentou valores de radiopacidade acima do degrau

3 da escada de alumínio, enquanto o CP acrescido de diferentes concentrações de óxido de cálcio evidenciaram valores de radiopacidade abaixo deste valor. Nenhum grupo testado apresentou eficácia antimicrobiana pelo teste de difusão em ágar, com ausência de halos de inibição. Os materiais apresentaram diferentes regularidades em imagens por MEV, com partículas de tamanhos similares e formas variáveis. Foram encontrados os mesmos elementos químicos em todos os grupos estudados. Conclusões: Apenas o cimento MTA apresentou radiopacidade com valor acima da recomendação mínima; nenhum dos cimentos testados apresentou eficácia antimicrobiana; os materiais apresentaram similaridade tanto na análise de superfície quanto na análise dos elementos químicos.

PALAVRAS-CHAVE: Tratamento do canal radicular; Óxido de cálcio; Materiais dentários.

INTRODUÇÃO

A perfuração radicular é definida como comunicação artificial, de etiologia iatrogênica ou patológica, que expõe a cavidade pulpar ao tecido periodontal^{1,2} e consequentemente à contaminação por micro-organismos. As perfurações são consideradas sérias complicações na prática odontológica, e, se não diagnosticadas e tratadas adequadamente, podem levar à perda do dente³.

Observa-se uma ampla variedade de técnicas e materiais para o tratamento dessas perfurações, e parece ser consenso que a possibilidade de tratá-las com sucesso depende de diferentes fatores, tais como: localização, dimensão, comprimento da raiz dentária, grau de contaminação, técnica de selamento, intervalo de tempo entre o momento da perfuração e o tratamento e a compatibilidade do material utilizado¹.

O agregado trióxido mineral, mundialmente conhecido pela sigla em inglês MTA (*Mineral Trioxide Aggregate*), é um cimento que reúne propriedades físicas, químicas e biológicas satisfatórias para um material selador de perfurações radiculares⁴⁻⁸. No entanto, apresenta elevado tempo de presa, pouca adesividade à dentina e alto custo⁷.

O cimento Portland (CP), cimento empregado em construções, é o principal componente do MTA^{7,9}. Após a descoberta da similaridade entre a composição do MTA e CP, diversos estudos têm demonstrado as semelhanças nas propriedades físico-químicas e biológicas de ambos os materiais^{7,8,10}. Desse modo, o CP tem um grande potencial para ser utilizado como material endodôntico.

O sucesso no uso dos diferentes materiais seladores está associado ao poder antimicrobiano e ao processo de reparo tecidual que estes podem promover quando utilizados. Sarkar *et al.*¹¹ (2005) reportaram a propriedade do MTA em liberar íons cálcio e a sua habilidade para formar hidroxiapatita, e concluíram que estas reações químicas são responsáveis pelas propriedades de selamento marginal, biocompatibilidade e atividade dentinogênica.

O bismuto (Bi) vem sendo apresentado como um elemento de excelente radiopacidade¹² e tem sido adicionado ao MTA em aproximadamente 20% em peso, de acordo com Dammaschke $et~al.^{13}$ (2005) e Duarte $et~al.^{14}$ (2003), para tornar o material mais radiopaco¹⁵.

Entretanto, há uma preocupação biológica, com relação à toxicidade associada à presença do bismuto¹6. Além disso, a inclusão de bismuto tem efeitos prejudiciais nas propriedades mecânicas dos materiais dentários¹⁴¹6. A adição de outras substâncias poderia ser uma alternativa para melhorar a radiopacidade do cimento Portland, evitando o uso de bismuto e a possibilidade de modificações em suas propriedades.

Sabe-se que o óxido de cálcio está presente no CP e no MTA, e sua presença tem papel importante na resposta biológica tecidual¹⁷. A hidratação do óxido de cálcio forma o hidróxido de cálcio, cujo mecanismo de ação se baseia em sua dissociação em íons cálcio e hidroxila, que agem nos tecidos e micro-organismos, explicando as propriedades biológicas e antimicrobianas dessa substância¹⁸.

Até o presente momento, a literatura está carente de estudos acerca da influência da adição de novos elementos sobre as propriedades antimicrobianas, biológicas e físico-químicas destes materiais. A realização de estudos com este enfoque permitirá o aprimoramento dos materiais utilizados no selamento das perfurações radiculares e possibilitará o desenvolvimento de um novo material como uma alternativa menos onerosa ao MTA. Assim, o objetivo do presente estudo foi avaliar a radiopacidade, a ação antimicrobiana, a estrutura de superfície e a composição química do cimento Portland (CP) associado a diferentes concentrações de óxido de cálcio.

MATERIAL E MÉTODOS

Materiais Testados

Os materiais testados foram: MTA (Angelus Ind. Prod., PR, Brasil); CP cinza (Cia. Portland Cement Itaú, Itaú de Minas, MG, Brasil) e CP acrescido de óxido de cálcio nas concentrações de 1%, 2%, 5% e 10%. O MTA e o CP foram manipulados de acordo com as especificações de seu fabricante. Os testes realizados nesse experimento seguiram a especificação nº 57 da American National Standard Institute / American Dental Association¹9 (ANSI-ADA, 2000) para materiais obturadores.

Os materiais foram armazenados no local da realização do experimento. O laboratório onde foram desenvolvidos os testes contém dois aparelhos de ar condicionado, que possibilitaram o controle da temperatura, em torno de $23 \pm 2^{\circ}$ C. A umidade e a temperatura foram aferidas por meio de um termohigrômetro (Minipa ind. e com. Ltda, São Paulo, SP, Brasil).

Análise da Radiopacidade

Cinco placas de acrílico (22 mm x 45 mm x 1 mm) foram confeccionadas, contendo orifícios com dimensões de 1 mm de profundidade e 5 mm de diâmetro interno. Essas placas de acrílico foram colocadas sobre uma placa de vidro recoberta por uma lâmina de papel celofane. Os cimentos foram manipulados seguindo-se a proporção pó/líquido pré-estabelecida e os materiais introduzidos nos orifícios da placa de acrílico. Cada um dos orifícios foi preenchido com um dos cimentos avaliados. As placas,

após o preenchimento, foram armazenadas em estufa a $37 \pm 2^{\circ}$ C e $95 \pm 5\%$ de umidade relativa do ar, durante período igual a três vezes o tempo de endurecimento dos cimentos.

Cada uma das placas de acrílico contendo os cimentos foi posicionada, no momento da exposição radiográfica, ao lado de outra placa de acrílico (13 mm x 45 mm x 1 mm) contendo um penetrômetro de alumínio confeccionado de liga 1100, com espessura variando de 1 a 10 mm, em degraus uniformes de 1 mm cada¹⁹

O conjunto das duas placas, uma contendo o cimento e a outra o penetrômetro, correspondiam ao tamanho exato do sensor (placa de fósforo) do sistema Digora TM® (Soredex Orion Corporation, Helsink, Finlândia), que foi usado para coletar as imagens radiográficas. Para tanto, foi utilizado um aparelho de raios-X Spectro 70X® (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil), de 70 kVp e 8 mA. A distância foco-objeto utilizada foi de 30 cm e o tempo de exposição de 0,2 segundos.

Para o perfeito posicionamento do sensor e assegurar que a distância foco-objeto fosse padronizada, um dispositivo posicionador de acrílico foi confeccionado com fixadores metálicos. O cabeçote do aparelho de raios-X foi fixado na mesma posição, direcionando o feixe central para incidir em ângulo de 90° com a superfície do conjunto placas de acrílico/sensor. Um colimador retangular (Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com 3 cm x 4 cm de abertura foi acoplado na extremidade do cilindro para diminuir a possibilidade de radiação secundária. Antes das tomadas radiográficas, foi realizada a calibração prévia do aparelho de raios-X com o sensor. O mesmo sensor foi usado em todas as exposições, para evitar possíveis diferenças entre as placas acrílicas. A dose de radiação foi padronizada de acordo com o *software Digora* para *Windows* 1.5, empregado para realizar as leituras.

Após as tomadas radiográficas, o sensor foi introduzido no dispositivo de leitura óptica laser do sistema Digora®. O aparelho tem a capacidade de transformar o sinal analógico em digital e, por meio do software (*Digora* para *Windows* 1.5), quantificar a densidade da imagem radiográfica (análise densitométrica) diretamente na tela do computador.

Assim que a primeira imagem foi evidenciada na tela do aparelho, foram estabelecidos parâmetros oferecidos pelo próprio sistema *Digora*®, que permitiu a padronização da imagem. Foram utilizados os valores dos tons de cinza da área analisada, em torno de 2 mm², de cada cimento e de cada degrau do penetrômetro, correspondentes a 30 x 30 pixels, identificados pelas coordenadas dos eixos X e Y, visualizados na tela do aparelho. A imagem padronizada ofereceu densidade e contraste adequados, proporcionando qualidade e facilidade de visualização durante a leitura. Quando o sensor foi novamente introduzido no aparelho, a nova imagem projetada foi enquadrada dentro dos parâmetros pré-estabelecidos, evitando assim, que esta nova imagem apresentasse tonalidades mais claras ou mais escuras que a imagem padrão.

Por meio da imagem revelada na tela, o aparelho realizou a leitura da densidade radiográfica de cada cimento da placa de acrílico, assim como de cada degrau do penetrômetro, fornecendo um valor numérico para cada leitura, o qual foi anotado pelo observador. Após a análise das placas de acrílico, foram estabelecidas cinco medidas para cada tipo de cimento e cada degrau do penetrômetro. A partir de então, foram determinadas as médias

Rev Odontol Bras Central 2017; 26(77): 20-25

das densidades radiográficas, respectivas para cada material e degrau do penetrômetro.

Para o teste de radiopacidade, foi realizada análise estatística descritiva por meio de interpretação das médias obtidas.

Análise Microbiológica

Os indicadores biológicos utilizados no experimento foram: *Staphylococcus aureus* (ATCC 6538), *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853), *Bacillus subtilis* (ATCC 6633) e *Candida albicans* (ATCC 10231).

Os micro-organismos foram cultivados em meio sólido – BHI ágar (Difco Laboratories, Detroit, MI, EUA), distribuídos em tubos de ensaio e esterilizados a 121°C, durante 20 minutos. Decorridas 24 horas de incubação, à temperatura de 37°C e em condições respiratórias adequadas aos micro-organismos indicadores, células microbianas foram suspensas em solução fisiológica esterilizada. Em todos os casos, a suspensão teste foi ajustada, com o auxílio do mesmo diluente, ao tubo número 1 da escala de MacFarland, na concentração aproximada de 3 x 10⁸ células/mL. A partir das cepas selecionadas, foi preparada uma mistura microbiana. Uma alíquota de 1 mL das suspensões foi transferida para os tubos de ensaio, obtendo-se, portanto, a mistura experimental contendo *S. aureus* + *E. faecalis* + *P. aeruginosa* + *B. subtilis* + *C. albicans*.

Para o teste de difusão em ágar, placas de Petri com 20 mL de BHIA foram inoculadas com 0,1 mL da suspensão microbiana, com o auxílio de *swabs* esterilizados, e espalhadas no meio, a fim de se obter um crescimento confluente. Obedecendo a uma disposição espacial previamente estabelecida e utilizando um furador metálico estéril, seis cavidades de 6 mm foram confeccionadas no ágar.

Os materiais testados foram manipulados e inseridos nas cavidades empregando instrumental e material esterilizado. As placas foram mantidas por 1 hora à temperatura ambiente, e então incubadas a 37°C por 48 horas.

Após o período de incubação, a leitura da atividade antimicrobiana foi realizada verificando-se ausência ou presença de halos de inibição. Os diâmetros dos halos de inibição microbiana foram então medidos por um único avaliador com auxílio de um paquímetro digital com resolução de 0.01 mm (Mitutoyo MTI Corporation, Tóquio, Japão). Os controles positivos e negativos foram feitos mantendo-se as placas inoculadas e sem inoculação, sob os mesmos períodos e condições de incubação idênticas. Todos os experimentos foram realizados sob condições assépticas.

Análises da Estrutura de Superfície e da Composição Química

Tubos de polietileno padrão (número 12 - Sonda Levine) com um diâmetro interno de 3 mm e comprimento de 3 mm foram preparados usando um paquímetro digital com resolução de 0,01 mm (Mitutoyo MTI Corporation, Tóquio, Japão). Os tubos foram colocados em uma placa de vidro (75 mm x 25 mm x 1 mm), preenchidos com os materiais testados, e então transferidos para uma câmara com 95% de umidade relativa e temperatura de 37°C. Três espécimes de cada material foram confeccionados.

Os espécimes foram colocados por 20 minutos em uma cuba de ultrassom com água destilada com a finalidade de remover partículas soltas. Em seguida, os tubos contendo os materiais foram secos com jatos de ar comprimido, e desidratados em um dessecador a vácuo durante 48 horas, para a remoção completa de toda a umidade. Em seguida, foram metalizados recebendo uma fina camada (50 a 100 Angstroms) de ouro 24 quilates depositados via vaporização. Após a metalização das peças, imagens de até 600x de ampliação foram obtidas por meio de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Leo Stereoscan 420i (Leica Electron Optics, Cambrige, Reino Unido). As fotomicrografias foram analisadas de maneira qualitativa (descritiva), considerando a característica da superfície dos materiais. A análise foi realizada por um único examinador previamente treinado.

A identificação dos elementos químicos por espectroscopia de energia dispersiva (*Energy Dispersive Spectrometry* – EDS) foi realizada utilizando o detector EDS INCA x Singht modelo 6650 (INCA - Oxford Instruments PLC, Bucks, Reino Unido) em que foi considerada apenas a presença e ausência dos elementos de cada formulação.

RESULTADOS

Os valores de radiopacidade apresentados pelos cimentos estão descritos na Tabela 1. O cimento MTA apresentou valores de radiopacidade acima do degrau 3 da escada de alumínio, recomendação mínima da especificação N° 57 da ANSI/ADA 19 (2000). Os cimentos Portland acrescidos de diferentes concentrações de óxido de cálcio apresentaram valores de radiopacidade inferiores ao preconizado por essa especificação.

Nenhum dos materiais mostrou eficácia antimicrobiana pelo teste por difusão em ágar, com ausência de halos de inibição em todos os grupos testados.

A análise da superfície revelou que os cimentos apresentaram diferentes regularidades em imagens por MEV. As partículas apresentaram-se com distribuição uniforme dos elementos, com tamanhos similares e formas variáveis em microanálises por EDS. Foram encontrados os mesmos elementos químicos em todos os grupos estudados, mostrando similaridade entre as amostras (Tabela 2).

Tabela 1 - Valores da densidade radiográfica dos cimentos testados

Cimento/ placa	CP 1%	CP 2%	CP 5%	CP 10%	MTA	Degrau 3		
Cimento/ placa	Ci 1/0	Ci 2 /0	Ci 3/0	Ci 1070	WIIA	Degrau 3		
1	99,00	105,00	108,00	112,00	169,00	122,00		
2	118,00	110,00	94,00	98,00	182,00	130,00		
3	115,00	112,00	105,00	105,00	176,00	124,00		
4	110,00	117,00	113,00	101,00	170,00	120,00		
5	108,00	113,00	112,00	114,00	184,00	128,00		
Média	110,00	111,40	106,40	106,00	176,20	124,80		
DP	7,31	4,39	6,83	6,89	6,80	4,15		

DISCUSSÃO

As propriedades físico-químicas dos materiais odontológicos devem ser constantemente avaliadas, especialmente frente à necessidade de manter o controle de qualidade. O MTA, desde sua introdução na endodontia, foi eleito um material de eficácia no selamento de perfurações radiculares e como material retrobturador nas cirurgias parendodônticas, o que estimulou vários estudos acerca deste material²⁰.

O estabelecimento de padrões específicos para testar as propriedades físico-químicas dos materiais retrobturadores devem ser melhor discutidas. Assim, para dar suporte e referenciar estudos sobre as propriedades físico-químicas dos cimentos à base de MTA e cimento Portland, as pesquisas sobre esses materiais seguem a especificação nº 57 da ANSI/ADA¹9 (2000), para materiais obturadores do canal radicular²0.

De acordo com Laghios *et al.*²¹ (2000), os materiais retrobturadores devem possuir uma radiopacidade suficiente para que, radiograficamente, seja possível a sua distinção em relação às estruturas anatômicas adjacentes, como o dente e o osso alveolar, além de evidenciar espaços vazios e contornos impróprios. Sabese que a radiopacidade de 1 mm de dentina equivale a 1 mm da espessura da escada de alumínio²². Dessa forma, a radiopacidade de um material de preenchimento do canal radicular, segundo a especificação nº 57 da *American Dental Association*¹⁹ (2000), deve ser correspondente a no mínimo 3 mm de alumínio.

Dentre os materiais estudados, somente o cimento MTA atendeu às recomendações da ADA¹9. Esse resultado era esperado em razão do acréscimo de 20% de óxido de bismuto na sua composição^{7,13}. O óxido de bismuto não foi encontrado na formulação original do cimento Portland, o que, de acordo com Estrela *et al.*7 (2000), determina sua baixa radiopacidade. As médias encontradas para esse material foram abaixo ao equivalente ao degrau 2 de alumínio, não se enquadrando, portanto, nos requisitos mínimos exigidos pela ANSI/ADA¹9 (2000). A radiopacidade inadequada do cimento Portland foi relatada também por Danesh *et al.*²3 (2006). Para suprir a deficiência de radiopacidade, diferentes agentes radiopacificadores foram adicionados ao cimento Portland, com resultados satisfatórios²⁴.

A origem microbiana da infecção do canal radicular e formação da lesão periapical estimulou a busca de avanços científicos e tecnológicos, não apenas com a finalidade do estabelecimento do espectro microbiológico, mas também de buscar condutas aplicáveis para seu controle. Por este motivo, a escolha de materiais que apresentem atividade antimicrobiana se torna importante na terapêutica endodôntica.

Assim, o sucesso no uso dos diferentes materiais está associado ao poder antimicrobiano e ao processo de reparo tecidual que estes podem promover quando utilizados¹. Estas propriedades têm relação direta com a presença de hidróxido de cálcio (liberação de íons cálcio e hidroxila) na composição dos cimentos¹⁸. Embora o material apresente grandes concentrações de cálcio na sua composição, isto não significa que o mesmo liberará estes íons. Os cimentos à base de MTA e os cimentos Portland apresentam elevada quantidade de óxido de cálcio17. Em contato com o fluido tecidual ou água, o óxido de cálcio transforma-se em hidróxido de cálcio que se dissocia em íons cálcio e íons hidroxila, resultando em aumento do pH e liberação de íons cálcio. O mecanismo de ação entre o hidróxido de cálcio e o MTA mostrou-se ser similar26. Diversos estudos foram realizados para avaliar o pH do MTA^{14,20,26}. Vasconcelos et al.²⁷ (2009) avaliaram o pH e a liberação de íons cálcio do MTA, CP, MTA-exp e MBPc, em diferentes períodos. Os resultados demonstraram que os materiais analisados apresentaram pH alcalino e capacidade de liberação de íons cálcio.

Entretanto, Torabinejad *et al.*²⁶ (1995) investigaram o efeito antimicrobiano de alguns materiais retrobturadores por meio do teste de difusão em ágar e observaram que o MTA não apresentava atividade antimicrobiana sobre *S. faecalis, S. aureus* e *B. subtilis.* Estrela *et al.*⁷ (2000) mostraram resultados semelhantes quando avaliaram o MTA e o CP. A zona de difusão do MTA e cimento Portland não apresentaram diferenças significativas, estando de acordo com o presente estudo.

As propriedades físico-químicas e biológicas do MTA e CP podem ser melhoradas com a adição de substâncias usadas na engenharia civil. Entretanto, no presente estudo, foi observado que o acréscimo de óxido de cálcio no CP não influenciou no seu

Tabela 2 - Elementos químicos encontrados nos materiais estudados analisados por espectroscopia de dispersão de raios-X (EDS)

Elementos encontrados	MTA	MTA			СР		CP 1%		CP 2%			CP 5%			CP 10%			
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Ag	_	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Al	+	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Ва	_	_	-	-	_	-	-	_	-	-	-	-	_	-	-	_	-	-
Bi	-	_	-	-	_	-	-	-	_	-	-	-	-	-	-	-	_	-
Ca	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Cl	_	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Fe	_	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
0	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Mg	-	_	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Ni	_	_	-	-	_	-	-	_	-	-	_	-	-	-	-	-	-	_
S	_	+	-	-	_	+	-	_	-	+	+	_	+	-	-	-	+	+
Si	+	+	+	+	+	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Ti	_	_	_	T-	_	+	-	_	_	-	-	_	-	_	_	-	_	_
С	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Zn	_	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	_	_	_	_	_	_
Zr	_	_	_	T-	_	_	_	_	_	_	_	_	_	_	_	_	_	_

potencial antimicrobiano, não apresentando halos de inibição no teste de difusão em ágar.

Novos estudos devem ser desenvolvidos em busca de avaliar possíveis influências do óxido de cálcio no mecanismo de ação químico e biológico quando associados aos materiais analisados. Portanto, mais estudos *in vitro* são necessários para verificação da biocompatibilidade, propriedades antimicrobianas e selamento do CP associado ao óxido de cálcio.

O conhecimento da superfície e das características químicas de materiais endodônticos que mantêm íntimo contato com o tecido periapical constitui fator preditivo para a análise das propriedades físico-químicas e biológicas destes materiais 13,17. Deste modo, conhecer a composição química dos materiais endodônticos permite a seleção do melhor material para ser empregado nos variados casos a serem tratados endodonticamente. As superfícies desses materiais mostraram diferentes características de regularidade, de acordo com o cimento avaliado, com elementos distribuídos uniformemente, e partículas de tamanhos e formas similares.

A regularidade da superfície é um importante fator que se relaciona à adesão celular ao material, sendo, portanto, fundamental para a avaliação da biocompatibilidade de materiais²⁸. Os resultados mostraram que os cimentos MTA e CP acrescido de óxido de cálcio em diferentes concentrações apresentaram superfícies regulares. Deste modo, pode-se esperar bons resultados em termos de adesão celular nestes cimentos. Entretanto, cabe ressaltar que outros fatores afetam a adesão celular e a biocompatibilidade de um material, como a composição química deste.

Este fato ressalta que os dados de regularidade de superfície não devem ser analisados de modo isolado. A microanálise por EDS dos cimentos revelou similaridade entre os elementos encontrados nos materiais testados, os quais apresentaram elevadas quantidades de cálcio. Todos apresentaram também elevada quantidade de silício, proveniente do dióxido de silício e silicatos. Essa microanálise tem sido utilizada para a caracterização química de materiais endodônticos15,17, particularmente capaz de detectar com precisão a presença de elementos químicos em materiais sólidos, principalmente os de alto peso molecular. Entretanto, este método apresenta algumas limitações, como por exemplo, a detecção de elementos de baixo peso molecular. Além disso, a produção de fluorescência (proporção de eventos ionizantes que resultam em emissão de raios-X) diminui à medida que o número atômico do elemento torna-se menor. Ademais, a pequena energia de raios-X característica dos elementos leves é absorvida pela camada de ouro da metalização, método utilizado neste trabalho²⁹. Por este motivo, a quantificação de compostos orgânicos, que apresentam carbono, oxigênio e hidrogênio, não pôde ser realizada com precisão.

Futuros estudos são necessários com vistas à análise dos efeitos dos principais elementos e compostos químicos formados sobre as células dos tecidos periapicais e sua atividade antibacteriana.

CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos no presente trabalho, pode-se concluir que:

a) Apenas o cimento MTA apresentou radiopacidade com valor acima da recomendação mínima da especificação nº57 da ANSI/ADA¹9 (2000);

- b) Nenhum dos cimentos testados apresentou eficácia antimicrobiana pelo teste de difusão em ágar;
- c) Os materiais apresentaram similaridade tanto na análise de superfície quanto na análise dos elementos químicos.

REFERÊNCIAS

- 01. Fuss Z, Trope M. Root perforations: classification and treatment choices based on prognostic factors. Endod Dent Traumatol. 1996; 12(6): 255-64.
- 02. Tsesis I, Fuss Z. Diagnosis and treatment of accidental root perforations. Endod Topics. 2006; 13(1): 95-107.
- 03. Clauder T, Shin SJ. Repair of perforations with MTA: clinical applications and mechanisms of action. Endod Topics. 2009; 15(1): 32-55.
- 04. Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral perforations. J Endod. 1993; 19(11): 541-4.
- 04. Kettering JD, Torabinejad M. Investigation of mutagenicity of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. J Endod. 1995; 21(11): 537-9.
- 05. Torabinejad M, *et al.* Tissue reaction to implanted root-end filling materials in the tibia and mandible of guinea pigs. J Endod. 1998; 24(7): 468-71.
- 06. Estrela C, *et al*. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. Braz Dent J. 2000; 11(1): 3-9.
- 07. Camilleri J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material. Int Endod J. 2006; 39(10): 747-54.
- 08. Wucherpfening AL, Green DB. Mineral Trioxide vs Portland cement: two biocompatible filling materials. J Endod. 1999; 25(4): 308. (Abstract).
- 09. Holland R, *et al*. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tube filled with mineral trioxide aggregate, Portland cement or calcium hydroxide. J Endod. 1999; 25(3): 161-6.
- 10. Sarkar NK, *et al*. Physicochemical basis of the biologic properties of mineral trioxide aggregate. J Endod. 2005; 31(2): 97-100.
- 11. Deb S, Abdulghani S,Behiri JC. Radiopacity in bone cements using an organobismuth compound. Biomaterials. 2002; 23(16): 87-93.
- 12. Dammaschke T, Gerth HU, Zuchner H, Schafer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. Dent Mater. 2005; 21(8): 731-8.
- 13. Duarte MA, *et al.* pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2003; 95(3): 345-7.
- 14. Camilleri J, *et al.* The constitution of mineral trioxide aggregate. Dent Mater. 2005; 21(4): 297-303.
- 15. Figueiredo JA, *et al*. Evaluation of the radiopacity of Portland cement and MTA. Braz Endod J. 2001; 4: 16-20.
- 16. Estrela C, *et al.* Characterization of calcium oxide in root perforation sealer materials. Braz Dent J. 2012: 23(5): 539-46.
- 17. Estrela C, Sydney GB, Bammann LL, Felippe-Jr O. Mechanism of action of calcium and hydroxyl ions of calcium hydroxide on tissue and bacteria. Braz Dent J. 1995; 6(2): 85-90.
- 18. American National Standard Institute American Dental Association (ANSI-ADA), Specification n. 57, EUA; 2000.
- Duarte MA, et al. Evaluation of the propylene glycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate.

Rev Odontol Bras Central 2017; 26(77): 20-25

25

Int Endod J. 2012; 45(6): 565-70.

- 20. Laghios CD, et al. Comparative radiopacity of tetracalcium phosphate and other root-end filling materials. Int Endod J. 2000; 33(4): 311-5.
- 21. Manson-Hing LR,et al. An investigation of the roentgenographic contrast of enamel, dentine, and aluminum. Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1961; 14: 1456-72.
- 22. Danesh G, et al. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. Internacional endodontics Journal. 2006; 39(3): 213-19.
- 23. Húngaro Duarte MA, et al. Radiopacity of Portland cement associated with different radiopacifying agents. J Endod. 2009; 35(5): 737-40.
- 24. Holland R, et al. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide agregate or calcium hydroxide. J

Endod. 1999; 25(3): 161-6.

- Torabinejad M, Hong CU, Mcdonald, F, Ford TRP. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. J Endod. 1995; 21(7): 349-53.
- 26. Vasconcelos BC, Bernardes RA, Cruz SML, Duarte MAH, Padilha PM, Bernardinelli N, Garcia RB, Bramante CM, Morais IG. Evaluation of ph and calcium ion release of new root-end filling materials. J Endod. 2009; 35(10): 1418-21.
- 27. Balto H, Al-Nazhan S. Attachment of human periodontal ligament fibroblasts to 3 different root-end filling materials: Scanning electron microscope observation. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2003; 95(2): 222-7.
- 28. Vaughan D. Energy-Dispersive X-ray Microanalysis: An Introduction. Middleton: NORAN Instruments; 1999. 59 p.

ABSTRACT

Objective: To evaluate radiopacity, antimicrobial activity, surface structure and chemical composition of the Portland cement (PC) associated to different concentrations of calcium oxide. Material and Methods: The materials tested were: Mineral Trioxide Aggregate (MTA), gray PC and PC with calcium oxide at concentrations of 1%, 2%, 5% and 10%. To analyze the radiopacity, the materials were introduced in acrylic plates positioned next to an aluminum penetrometer. The evaluation of the antimicrobial action was carried out through the diffusion test in Agar, with microorganisms: *S. aureus, E. faecalis, P. aeruginosa, B. subtilis and C. albicans*. The evaluation of the surface structure was carried out using a scanning electron microscope (SEM) and identification of the chemical elements was performes with the dispersive energy spectroscopy. Results: The MTA presented values of radiopacity

above step 3 of the aluminum ladder, while CP with different concentrations of calcium oxide showed radiopacity below this value. No group tested showed antimicrobial efficacy by agar diffusion test, with absence of inhibition halos. The materials presented different regularities in images by SEM, with particles of similar sizes and variable shapes. The same chemical elements were found in all groups studied. Conclusions: Only the MTA cement presented radiopacity with a value above the minimum recommendation; None of the cements tested showed antimicrobial efficacy; The presented materials have similarity both in the analysis of the surface and in the analysis of the chemical elements.

KEYWORDS: Root canal treatment; Calcium oxide; Dental materials.

AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

Patrícia Correia de Siqueira

Departamento de Ciências Estomatológicas, Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás. Praça Universitária, s/n, Faculdade de Odontologia, Setor Universitário, Goiânia-GO, 74605220. Brasil.

Telefone: 55 62 3209 6254

E-mail: paty_correia@hotmail.com

Rev Odontol Bras Central 2017; 26(77): 20-25